

AU page 8

Powered by  DIALOG

Fungicidal dichlorophenyl derivs - N-(3',5'-dichlorophenyl)- norbornane and 7-oxabicyclo (2,2,1) heptane 2,3-dicarbonimides and 2-carboxylic acid 3-carbonam-ides
Patent Assignee: SUMITOMO CHEM CO LTD

Patent Family

Patent Number	Kind	Date	Application Number	Kind	Date	Week	Type
NL 7315044	A	19740506				197420	B
DE 2354873	A	19740516				197421	
FR 2205274	A	19740705				197436	
JP 49080243	A	19740802				197519	
JP 50004239	A	19750117				197520	
US 3906102	A	19750915				197539	
JP 75028497	B	19750916				197541	
JP 75032306	B	19751020				197546	
DE 2365677	A	19751113				197547	
JP 75034109	B	19751106				197550	
US 3925554	A	19751209				197552	
JP 49080240	A	19740802				197624	
GB 1443975	A	19760728				197631	
CH 585511	A	19770315				197718	
DE 2354873	B	19781123				197848	
IT 1048151	B	19801120				198105	
DE 2365677	B	19810409				198116	

Priority Applications (Number Kind Date): JP 72120437 A (19721130); JP 72109890 A (19721102); JP 72120436 A (19721130)

Abstract:

NL 7315044 A

The compsns. (III) contain cpds. of formula (I) and/or (II): where A = O or CH₂, and R = H or an alkali metal. They are prepd. by known processes and (III) is active e.g. towards a wide range of phytopathogenic fungi.

Derwent World Patents Index

© 1999 Derwent Information Ltd. All rights reserved.

51

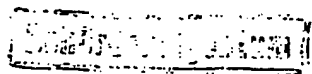
InL CL 2:

A 01 N 9-22

HC pages

18 BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

DEUTSCHES PATENTAMT



DT 23 65 677 A1

11

Offenlegungsschrift 23 65 677

21

Aktenzeichen: P 23 65 677.1

22

Anmeldetag: 2. 11. 73

23

Offenlegungstag: 13. 11. 75

30

Unionspriorität:

22 23 31

2. 11. 72 Japan 109890-72

54

Bezeichnung:

Verwendung von N-(3,5-Dichlorphenyl)-7-oxabicyclo[2,2,1]heptan-2,3-dicarboximid und diese Verbindung enthaltende fungizide Mittel zur Bekämpfung von Pilzen der Gattung Sclerotinia und Botrytis

62

Ausscheidung aus:

P 23 54 873.4

71

Anmelder:

Sumitomo Chemical Co., Ltd., Osaka (Japan)

74

Vertreter:

Vossius, V., Dipl.-Chem. Dr. rer.nat., Pat.-Anw., 8000 München

72

Erfinder:

wird später genannt werden

DT 23 65 677 A1

Ausscheidung aus
P 23 54 873.4-41
u.Z.: K 533 Div. I
Case: 53 806

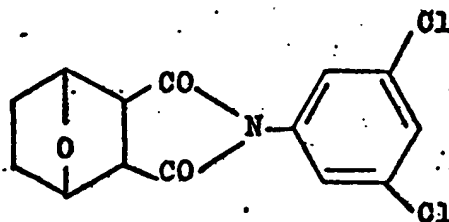
SUMITOMO CHEMICAL COMPANY, LIMITED

Osaka, Japan

" Verwendung von N-(3,5-Dichlorphenyl)-7-oxabicyclo[2.2.1]heptan-2,3-dicarboximid und diese Verbindung enthaltende fungizide Mittel zur Bekämpfung von Pilzen der Gattung Sclerotinia und Botrytis "

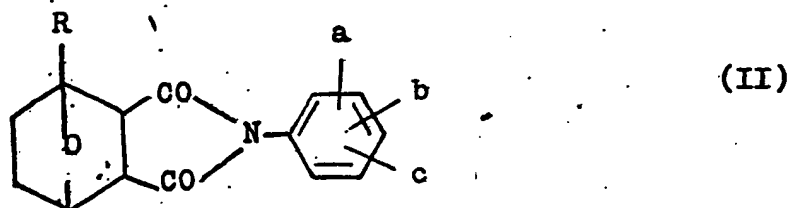
Priorität: 2. November 1972, Japan, Nr. 109 890/72

Die Erfindung betrifft die Verwendung von N-(3,5-Dichlorphenyl)-7-oxabicyclo[2.2.1]heptan-2,3-dicarboximid der Formel I



und diese Verbindung enthaltende fungizide Mittel zur Bekämpfung von Pilzen der Gattung Sclerotinia und Botrytis.

Die Verbindung der Formel I ist aus der US-PS 3 261 845 bekannt. In dieser Patentschrift ist eine große Gruppe von N-Phenyl-7-oxabicyclo[2.2.1]heptan-2,3-dicarboximid-derivaten der allgemeinen Formel II



beschrieben, in der a ein Fluor-, Chlor- oder Bromatom, eine Trifluormethyl-, Methyl-, Äthyl-, Nitro-, Methylmercapto-, Methoxy-, Äthoxy- oder Acetylgruppe, b ein Wasserstoff-, Chlor- oder Bromatom, eine Methyl- oder Nitrogruppe, c ein Wasserstoff-, Chlor- oder Bromatom oder eine Nitrogruppe und R ein Wasserstoffatom oder eine Methylgruppe bedeutet. Es ist ferner angegeben, daß diese Verbindungen zur Bekämpfung von Würmern, Spinnmilben, Insekten, Bakterien, Pilzen und Protozoen sowie zur Unterdrückung von Krämpfen bei kleinen Nagern dienen können. In den Anwendungsbeispielen ist die Verwendung bestimmter Verbindungen der allgemeinen Formel II, darunter der Verbindung der Formel I als Anthelmintica und als Krampfmittel beschrieben.

Die Erfindung beruht auf dem überraschenden Befund, daß das N-(3',5'-Dichlorphenyl)-7-oxabicyclo(2.2.1)heptan-2,3-dicarboximid eine ausgeprägte fungizide Wirksamkeit ausschließlich gegenüber Pilzen der Gattung Sclerotinia und Botrytis, wie Sclerotinia sclerotiorum und Botrytis cinerea, besitzt, jedoch keine Phytotoxizität gegenüber den Nutzpflanzen entwickelt,

wenn sie in Mengen angewendet wird, die ausreichend sind, um eine fungizide Aktivität zu gewährleisten. Neben ihrer guten Pflanzenverträglichkeit hat die Verbindung der Formel I eine außerordentlich niedrige Toxizität gegenüber Säugetieren und Fischen.

Die fungiziden Mittel der Erfindung können zum Beispiel in Form von Stäubemitteln, benetzbaren Pulvern emulgierbaren Konzentraten, Spritzmitteln, Aerosolen, Räuchermitteln, Pellets oder Granulaten vorliegen, die die Verbindung der Formel I, entweder allein oder in Verbindung mit einem oder mehreren gasförmigen, festen oder flüssigen Trägerstoffen, die üblicherweise in fungiziden Mitteln verwendet werden, enthalten. Neben der 3,5-Dichlorphenylverbindung der Formel I können die fungiziden Mittel der Erfindung eines oder mehrere bekannte Fungizide enthalten. Hierfür geeignete Fungizide sind zum Beispiel Blasticidin S, Kasugamycin, Polyoxin, Cellocidin, Chloramphenicol, Validamycin, Streptomycin, Griseofulvin, Cycloheximid, Pentachlornitrobenzol, Pentachlorphenol und seine Salze, 2,6-Dichlor-4-nitroanilin, Zinkäthylen-bis-(dithiocarbamat), Zinkdimethyldithiocarbamat, Manganäthylen-bis-(dithiocarbamat), Bis-(dimethylthiocarbamoyl)-disulfid, 2,4,5,6-Tetrachlorisophthalonitril, 2,3-Dichlor-1,4-naphthochinon, Tetrachlor-p-benzochinon, Tetrachlorphthalid, p-Dimethylaminobenzoldiazonatriumsulfonat, 2-(1-Methylheptyl)-4,6-dinitrophenylcrotonat, 2-Heptadecylimidazolinacetat, 2,4-Dichlor-6-(o-chloranilino)-S-triazin, Dodecylguanidinacetat, 6-Methyl-2,3-chinoxalindithiol-cyclo-S,S-dithiocarbonat, N-Trichlormethyl-

2365677

thio-4-cyclohexen-1,2-dicarboximid, N-(1,1,2,2-tetrachloräthylthio)-4-cyclohexen-1,2-dicarboximid, 3-(3,5-Dichlorphenyl)-5,5-dimethyloxazolidindion-2,4; N-(3,5-Dichlorphenyl)-maleimid, N-(3,5-Dichlorphenyl)-succinimid, N-(3,5-Dichlorphenyl)-itaconimid, 2,3-Dihydro-5-carboxanilid, 6-Methyl-1,4-oxazin, 1-(N-Butylcarbamoyl)-2-methoxycarbonylaminobenzimidazol, 2-(4'-Thiazolyl)-benzimidazol, 1,2-Bis-(3-äthoxycarbonyl-2-thioureido)-benzol, 1,2-Bis-(3-methoxycarbonyl-2-thioureido)-benzol, 2-Amino-5-mercaptothiadiazol, 2-Aminothiadiazol, O-Butyl-S-benzyl-S-äthylldithiophosphat, O-Äthyl-S,S-diphenyldithiophosphat, O,O-Diisopropyl-S-benzylldithiophosphat, O,O-Dimethyl-O-(3-methyl-4-nitrophenyl)-dithiophosphat, S-[1,2-Bis(äthoxycarbonyl)-äthyl]-O,O-dimethyldithiophosphat, O,O-Dimethyl-S-(N-methylcarbamoylmethyl)-dithiophosphat, O,O-Diäthyl-O-(2-isopropyl-6-methyl-4-pyrimidyl)-thiophosphat, 1,3-Bis-(carbamoylthio)-2-(N,N-dimethylamino)-propan-hydrochlorid, 3,4-Dimethylphenyl-N-methylcarbammat, 1-Naphthyl-N-methylcarbammat, 2-Chlor-4,6-Bis-(äthylamino)-S-triazin, 2,4-Dichlorphenoxyessigsäure und ihre Salze und Ester, 2-Methyl-4-chlorphenoxyessigsäure und ihre Salze und Ester, 2,4-Dichlorphenyl-4-nitrophenyläther, N-(3,4-Dichlorphenyl)-propionamid, 3-(3',4'-Dichlorphenyl)-1,1-dimethylharnstoff, 4-Chlorbenzyl-N,N-dimethylthiolcarbammat, 1,1'-Dimethyl-4,4'-bipyridiumdichlorid, 2,4,6-Trichlorphenyl-4'-nitrophenyläther, N'-(2-Methyl-4-chlorphenyl)-N,N-dimethylformamidin, N,N-Diallyl-2-chloracetamid, Äthyl- (oder Cyclohexyl)-ß-(2,4-dichlorphenoxy)-acrylat, S-n-Heptyl-S'-(p-tert.-butylbenzyl)-N-(3'-pyridyl)-imidodithiocarbonat oder S-n-Butyl-S'-(p-tert.-butylbenzyl)-N-(3-pyridyl)-imidodithiocarbonat. Die fungizi-

509846/1023

den Mittel der Erfindung können auch einen oder mehrere Stoffe mit bakterizider, insektizider, nematozider, acarizider oder herbizider Aktivität, Düngemittel, Bodenaufbereiter oder Pflanzenwuchsstoffe enthalten.

Typische Beispiele für erfindungsgemäße fungizide Mittel sind:

- (a) Stäubemittel, die durch Dispergieren der Verbindung der Formel I in einer Konzentration von 0,1 bis 30 Gewichtsprozent in einem inerten Träger, zum Beispiel Talkum, Diatomeenerde, Holzmehl oder Ton erhalten werden,
- (b) benetzbare Pulver, die durch Dispergieren der Verbindung der Formel I in einer Konzentration von 0,2 bis 80 Gewichtsprozent in einem inerten, adsorbierenden Träger, zum Beispiel Diatomeenerde, zusammen mit einem Netz- und/oder Dispergiermittel, wie einem Alkalimetallsalz eines langkettigen aliphatischen Sulfats, einem partiell neutralisierten Schwefelsäurederivat entweder eines Erdölbestandteils oder eines natürlich vorkommenden Glycerids, oder einem Kondensationsprodukt eines Alkylenoxids mit einer organischen Säure erhalten werden,
- (c) emulgierbare Konzentrate, die durch Dispergieren der Verbindung der Formel I in einer Konzentration von 1 bis 50 Gewichtsprozent in einem organischen Lösungsmittel, wie Dimethylsulfoxid, zusammen mit einem Netz- und/oder Dispergiermittel, wie einem Alkalimetallsalz eines langkettigen aliphatischen Sulfats, einem partiell neutralisierten Schwefelsäurederivat entweder eines Erdölbestandteils oder eines natürlich vorkommenden Glycerids, oder einem Kon-

2365677

densationsprodukt eines Alkylenoxids mit einer organischen Säure erhalten werden, und

- (d) fungizide Mittel, die die Verbindung der Formel I in einer Art und Weise formuliert enthalten, wie sie bei fungiziden Räuchermitteln üblich ist.

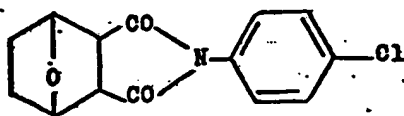
Die Überlegenheit der erfindungsgemäßen fungiziden Mittel ergibt sich aus den Vergleichsversuchen.

In den folgenden Versuchen werden für Vergleichszwecke die in der nachfolgenden Tabelle aufgeführten Verbindungen verwendet, die in der US-PS 3 261 845 beschrieben sind.

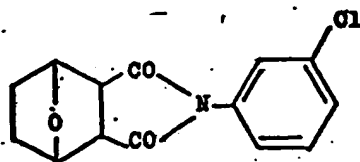
Verbindung Nr.

Struktur

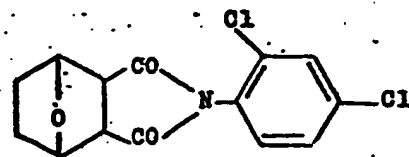
1



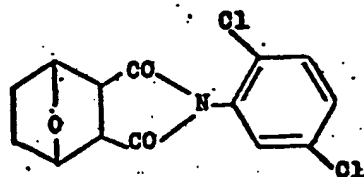
2



3



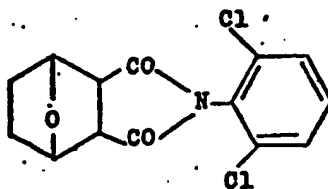
4



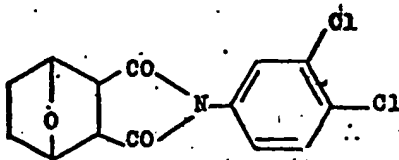
509846/1023

Verbindung Nr.Struktur

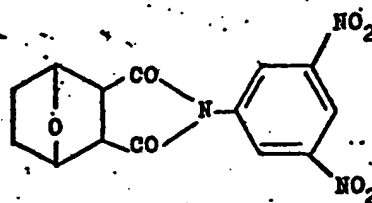
5



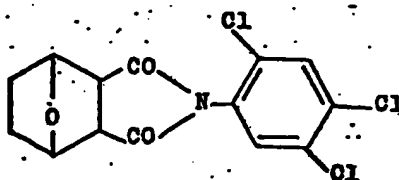
6



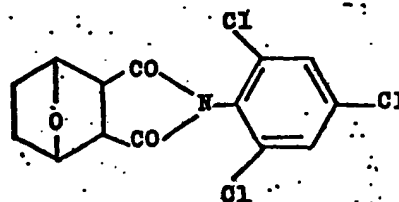
7



8



9

V e r s u c h A

Eine Testverbindung in Form eines benetzbaren Pulvers wird nach dem Verdünnen mit Wasser in einer Menge von 10 ml der Verdünnung pro Topf auf Feuerbohnenensämlinge angewendet, die in Töpfen von 15 cm Durchmesser gepflanzt und bis zum dritten dreiblättrigen Stadium gezogen worden sind. Nach vier Stunden werden die Blätter mit einem Mycelscheibchen von *Sclerotinia sclerotiorum* (Durchmesser 5 mm) als Impfpräparat infiziert.

509846/1023

2365677

Die befallenen Stellen der Blätter werden 3 Tage später beobachtet. Die Größe der befallenen Flecken wird gemessen, das Ausmaß der Schädigung wird nach folgender Gleichung bestimmt:

$$\text{Schädigungsgrad} = \frac{\sum(\text{Befallsindex} \times \text{Anzahl der Blätter})}{\text{Gesamtzahl der Blätter}}$$

wobei der Befallsindex nach folgenden Merkmalen bestimmt wird:

<u>Befallsindex</u>	<u>Befallene Flächen</u>
0	Keine
1	Bis zu 1/5 der Gesamtfläche des geimpften Blatts
2	Mehr als 1/5 und bis zu 2/5 der Gesamtfläche des geimpften Blatts
3	Mehr als 2/5 und bis zu 3/5 der Gesamtfläche des geimpften Blatts
4	Mehr als 3/5 und bis zu 4/5 der Gesamtfläche des geimpften Blatts
5	Mehr als 4/5 der Gesamtfläche des geimpften Blatts

Das Ausmaß der Krankheitsverhinderung wird nach folgender Gleichung bestimmt:

Grad der Krankheitsverhinderung =

$$\frac{(\text{Größe der Krankheitsflecken in der unbehandelten Parzelle}) - (\text{Größe der Krankheitsflecken in der behandelten Parzelle})}{(\text{Größe der Krankheitsflecken in der unbehandelten Parzelle})}$$

x 100

Die Ergebnisse sind in Tabelle I zusammengestellt. Aus Tabelle I geht hervor, daß die Verbindung der Formel I

509846/1023

2365677

eine größere fungizide Aktivität als die analogen Verbindungen, zum Beispiel die entsprechenden monochlorierten, dichlorierten, trichlorierten und dinitrierten Verbindungen, besitzt.

T a b e l l e I.

Testverbindung	Konzentration (ppm)	zweites Blatt		drittes Blatt	
		Schädigungsgrad	Krankheitsverhinderung	Schädigungsgrad	Krankheitsverhinderung
			(%)		(%)
<u>Erfindung</u>					
Verbindung I	500	0,0	100	0,0	100
	100	0,0	100	0,0	100
<u>Vergleich</u>					
Verbindung Nr. 1	500	4,9	2	4,9	2
	100	5,0	0	5,0	0
Verbindung Nr. 2	500	1,3	74	1,9	62
	100	4,6	8	4,9	2
Verbindung Nr. 3	500	5,0	0	5,0	0
	100	5,0	0	5,0	0
Verbindung Nr. 4	500	5,0	0	5,0	0
	100	5,0	0	5,0	0
Verbindung Nr. 5	500	4,9	2	5,0	0
	100	5,0	0	5,0	0
Verbindung Nr. 6	500	4,8	4	4,9	2
	100	5,0	0	5,0	0
Verbindung Nr. 7	500	4,7	6	4,7	6
	100	5,0	0	5,0	0
Verbindung Nr. 8	500	4,9	2	5,0	0
	100	5,0	0	5,0	0
Verbindung Nr. 9	500	4,9	2	4,9	2
	100	5,0	0	5,0	0
unbehandelt	-	5,0	-	5,0	-

V e r s u c h B

Gurkensämlinge werden in Töpfen mit 9 cm Durchmesser gezogen, und wenn sie das erste dreiblättrige Stadium erreicht haben, wird das Blatt getrimmt. Eine Testverbindung in Form eines benetzbaren Pulvers wird nach der Verdünnung mit Wasser auf das Samenkeimblatt der Pflanzen in einer Menge von 10 ml Verdünnung pro Topf aufgebracht. Nach vier Stunden werden die Blätter mit Kartoffelsaft-Agarstückchen von *Botrytis cinerea* (Durchmesser 5 mm) infiziert. Die befallenen Flächen der Blätter werden vier Tage später beobachtet, wobei die Größe der Krankheitsflecken gemessen wird. Das Ausmaß der Schädigung und der Grad der Krankheitsverhinderung werden gemäß Versuch A bestimmt.

Die Ergebnisse sind in Tabelle II zusammengestellt. Aus Tabelle II geht hervor, daß die Verbindungen der Formel I eine erheblich größere fungizide Aktivität als die analogen Verbindungen, wie die entsprechenden monochlorierten, dichlorierten, trichlorierten oder dinitrierten Verbindungen, besitzen.

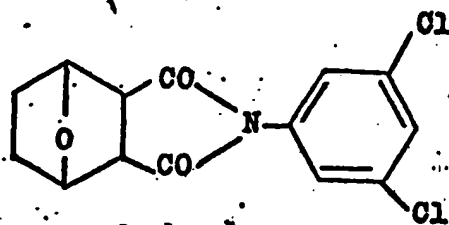
T a b e l l e II

Testverbindung	Konzentra- tion (ppm)	Schädi- gungsgrad	Krankheitsver- hinderung (%)
<u>Erfindung</u>			
Verbindung I	200	0,0	100
<u>Vergleich</u>			
Verbindung Nr. 1	200	5,0	0
Verbindung Nr. 2	200	3,4	32
Verbindung Nr. 3	200	4,9	2
Verbindung Nr. 4	200	5,0	0
Verbindung Nr. 5	200	4,7	6
Verbindung Nr. 6	200	4,9	2
Verbindung Nr. 7	200	4,8	4
Verbindung Nr. 8	200	5,0	0
Verbindung Nr. 9	200	5,0	0
Unbehandelt	-	5,0	-

Versuche zur Bekämpfung von *Piricularia oryzae*,
Sphaerotheca fuliginea, *Phytophthora infestans*, *Corticium*
rolfsii, *Xanthomonas oryzae* und *Pseudomonas solanacearum* mit
der Verbindung der Formel I sowie den Verbindungen 1 bis 9
der US-PS 3 261 845 ergaben keine brauchbaren Ergebnisse, da
die Verbindung gegenüber diesen Pilzen keine oder nur eine
geringe Aktivität besitzen.

P a t e n t a n s p r ü c h e

- ① Verwendung von N-(3,5-Dichlorphenyl)-7-oxabicyclo[2.2.1]heptan-2,3-dicarboximid der Formel I



(I)

zur Bekämpfung von Pilzen der Gattung Sclerotinia und Botrytis.

2. Fungizide Mittel, gekennzeichnet durch einen Gehalt an N-(3,5-Dichlorphenyl)-7-oxabicyclo[2.2.1]heptan-2,3-dicarboximid.